

UNIVERSITÁ DEGLI STUDI DI TRENTO

Facultad de Ingeniería



**ACERO 42CrMo4 PRODUCIDO
MEDIANTE MOLDEO POR INYECCION DE
METALES**

PROYECTO FIN DE CARRERA

Estudiante: **Jonatan Dominguez Perez**

Tutor: **Marco Cazzolli**

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	3
1.1. Síntesis	3
1.2. Objetivos	3
2. ANTECEDENTES	4
2.1. Pulvimetalurgia	4
2.1.1. Introducción	5
2.1.2. Ventajas	5
2.2. MIM (Moldeo por inyección de metales)	5
2.2.1. Características del MIM	5
3. MATERIALES Y PROCESO EXPERIMENTAL	7
3.1. Materiales	7
3.1.1. Master alloy	7
3.1.2. Blended elemental	8
3.1.3. Prealloy	8
3.2. Proceso para la obtención de las muestras	8
3.2.1. Sinterización	9
3.3. Estudio de las propiedades	9
3.3.1. Análisis químico	9
3.3.2. Análisis térmico	10
3.3.3. Propiedades físicas	10
3.3.3.1. Densidad	10
3.3.4. Aspectos microestructurales	11
3.3.4.1. Porosidad	11
3.3.4.2. Microestructura	12
3.3.5. Propiedades mecánicas	13
3.3.5.1. Ensayos de dureza	13
3.3.5.2. Ensayos de tracción	13
3.3.6. Caracterización fractográfica	14
4. RESULTADOS Y ARGUMENTACIONES	15
4.1. Densidad y morfología de la porosidad	15
4.2. Propiedades mecánicas	18
4.2.1. Ensayos de tracción y superficie de fractura	18
4.3. Microestructura	22
4.3.1. Microestructura y análisis de fases	22
4.3.2. Microdureza	24
4.4. Análisis dimensional	25
4.5. Análisis químico: Evolución del contenido en carbono	27
5. CONCLUSIONES	28
6. FUTURAS LÍNEAS DE TRABAJO	29

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Síntesis

La tecnología MIM (Moldeo por inyección de metales) es la alternativa más atractiva en comparación con la clásica pulvimetalurgia. El proceso combina la ventaja de la pulvimetalurgia (mayor independencia de muestreo de material) y del moldeo por inyección de plástico (mayor independencia en el diseño de la forma). Las mejores ventajas en las propiedades mecánicas se deben a una densidad más alta y a una microestructura regular con tamaño de grano controlable, al igual que a una presencia de poros redondeados totalmente cerrados.

El objetivo de este trabajo es estudiar las propiedades mecánicas y la contracción dimensional durante la sinterización de diferentes polvos del acero 42CrMo4, con el fin de saber cuál es el más adecuado para la producción de piezas usando la tecnología MIM.

La concepción de este proyecto surgió como resultado de la colaboración del Departamento de ingeniería industrial de la Universidad de Trento con la empresa MIMest, especializada en la producción de piezas de metal inyectado. Esta empresa ha aportado cinco ejemplares producidos con diferentes polvos, pero todos ellos con la misma composición química (acero 42CrMo4):

- Master Alloy
- Blended Elemental
- Prealloyed

A partir de estas muestras, se pretende desarrollar una investigación detallada del acero 42CrMo4 durante la sinterización, así como estudiar las propiedades mecánicas del material después de la sinterización.

Finalmente, la sinterización de los materiales fue realizada, determinando las condiciones óptimas del proceso. Las piezas obtenidas fueron estudiadas para evaluar algunas propiedades físicas y mecánicas tales como densidad, porosidad y dureza. Tanto el proceso de sinterización como las propiedades finales estaban relacionados con las características de los polvos iniciales y con sus efectos sobre la microestructura y densificación.

1.2. Objetivos

Antes de presentar el marco teórico en el que se ha desarrollado este Proyecto fin de carrera, es preciso poner de manifiesto cuál ha sido la motivación del mismo y qué objetivos se han perseguido.

La gama de polvos aleados ha aumentado en respuesta a una demanda de componentes fabricados por Moldeo por inyección de metales (MIM) para una amplia gama de aplicaciones,

algunas de las cuales exigen elevadas propiedades mecánicas a alta temperatura y resistencia a la corrosión/oxidación.

Para encontrar un polvo metálico que cumpla con estos requisitos, se llevará a cabo un estudio de los tres tipos de probetas enumeradas anteriormente.

El estudio consiste por un lado en analizar las características de los polvos y en segundo lugar la sinterizabilidad de cada uno de ellos, evaluando el efecto de las atmósferas de sinterización.

También se propone estudiar el comportamiento mecánico de las diferentes muestras, para así analizar cuál de las muestras tiene una mejor resistencia a tracción.

2. ANTECEDENTES

2.1. Pulvimetalurgia

2.1.1. Introducción

La pulvimetalurgia es un proceso para la formación de piezas metálicas mediante calentamiento de polvos metálicos compactados justo por debajo de sus puntos de fusión. Aunque el proceso ha existido por más de 100 años, en el último cuarto de siglo ha sido reconocido ampliamente como una forma superior de producción de piezas de alta calidad para una variedad de aplicaciones importantes.

El éxito de esta técnica se debe a que abre la posibilidad de fabricar piezas de alta calidad de formas complejas con dimensiones cercanas a las del producto final y con mejores propiedades mecánicas, por su mayor homogeneidad y control del tamaño de los granos; factores esenciales para lograr la formación de enlaces fuertes entre las partículas y en consecuencia, incrementos en la dureza y tenacidad de los materiales.

En este proceso se preparan aleaciones mezclando los polvos metálicos secos, en ocasiones, combinados con otros elementos como cerámicos o polímeros, prensándolos a alta presión y calentándolos después a temperaturas justo por debajo del punto de fusión del metal principal durante el tiempo suficiente para que se enlacen las partículas de los diferentes polvos; el resultado es una aleación sólida y homogénea con propiedades especiales. El desperdicio de materiales es reducido; admite combinaciones o mezclas poco comunes, y permite lograr grados de porosidad y permeabilidad controlados.

Pulvimetalurgia comenzó con la fabricación de polvos metálicos; y aunque todos los metales pueden ser producidos en forma de polvo, no todos cumplen con las características necesarias para formar parte.

Existen diferentes procedimientos para la producción de polvos metálicos; la fabricación se realiza mediante métodos químicos y electrolíticos; pero en su mayoría por pulverización de metales líquidos utilizando un chorro de aire comprimido o chorros de vapor de agua.

La selección y aplicación de un polvo depende del tipo de material y los objetivos que se desea alcanzar, por lo tanto, en la industria los polvos son seleccionados según su forma, tamaño y

distribución de las partículas, así como su pureza, densidad, velocidad, flujo y compresibilidad, puesto que estas características determinan las propiedades finales de las partes.

Estas características hacen que la pulvimetalurgia se identifique como un proceso eficiente, de alta productividad, con ahorro de energía y materias primas. Consecuentemente, la tecnología de polvos, está creciendo y reemplazando métodos tradicionales para conformar piezas metálicas como la fundición y la forja. Además, es una técnica de manufactura flexible y útil para un amplio rango de aplicaciones, como por ejemplo compuestos resistentes al desgaste, rodamientos auto-lubricantes, engranajes de transmisión para automóviles, componentes eléctricos,...

2.1.2. Ventajas

Entre las ventajas ofrecidas por esta tecnología de procesamiento, se pueden destacar:

- Producción a gran escala de piezas idénticas (con uniformidad dimensional) con gran versatilidad de formas. Además pueden lograrse tolerancias muy ajustadas en los componentes con formas complicadas. Se pueden obtener geometrías complejas, que requieren un pequeño o ningún mecanizado como operación secundaria. Esto significa una gran reducción de costos.
- Posibilidad de obtención de materiales que a pesar de poder obtenerse mediante técnicas alternativas, gracias a la pulvimetalurgia se logran propiedades mucho mejores (por ejemplo, los aceros de alta velocidad).
- Posibilidad de obtener combinaciones metalúrgicas que no pueden lograrse con cualquier otra técnica de procesamiento, por ejemplo los carburos cementados.

2.2. MIM (Moldeo por inyección de metales)

El moldeo por inyección de metales (MIM) es un proceso de fabricación de bajo costo que produce piezas muy complejas de una amplia variedad de materiales y aleaciones únicas, incluyendo aleaciones, aceros inoxidables y carburos, todo ello con operaciones secundarias y de montaje mínimas. MIM ofrece importantes ahorros de costos, mayor flexibilidad de diseño y materiales, mayor posibilidad de miniaturización, mejores propiedades mecánicas, buen acabado superficial y producción de alta velocidad.

Este proceso ofrece dos ventajas fundamentales en comparación con otros convencionales: mejores propiedades físicas y una mayor flexibilidad de diseño.

2.2.1. Características del MIM

El MIM combina las cualidades del moldeo por inyección de plástico, tales como la complejidad de las formas y la alta productividad, o las propiedades específicas de materiales cerámicos, metálicos o de carburo. La base del proceso consiste en utilizar una mezcla semisólida, hecha de polvo fino y ligantes poliméricos derretidos, para llenar la cavidad del molde de inyección bajo presión. Luego se extraen los polímeros y la estructura porosa de los polvos metálicos compactados se sinteriza en un sólido denso para obtener la fuerza que

caracteriza al material denso. A continuación se describe la implementación típica del proceso MIM. Como se ilustra en la figura 1, hay cuatro pasos principales en el proceso.

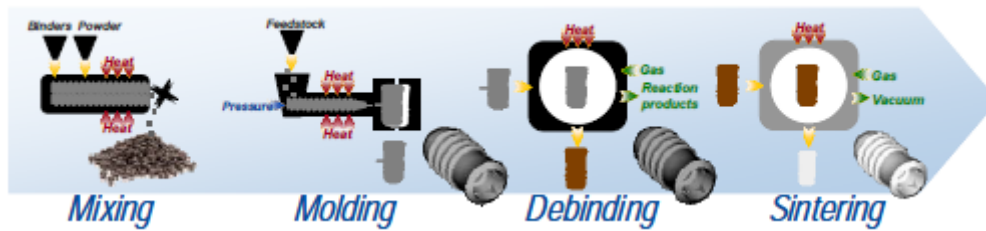


Figura 1: Pasos en el proceso

1. **Mezclado:** El primer paso del proceso, la mezcla, es fundamental ya que deben considerarse todos los detalles con el fin de obtener una materia prima homogénea y previsible con el comportamiento reológico deseable. Este proceso se lleva a cabo en mezcladores donde polvos finos de carburo metálico o de cerámica, de menos de 25 μm , son calentados y mezclados con ligantes poliméricos derretidos, luego enfriados y granulados para formar el material que alimentará la máquina de moldeo por inyección. Integrando los polvos metálicos con lubricante y partículas plastificantes, estas actúan como conductoras de las cargas metálicas y permiten dar fluidez a la totalidad de la mezcla para permitir su inyección en moldes y obtener la forma de la pieza deseada.
2. **Moldeo:** En esta etapa se utilizan máquinas de moldeo convencional de plásticos, en las cuales la guía y el tornillo han sido endurecidos previamente para evitar el desgaste, la pieza que se obtiene se denomina en verde y puede ser tan compleja como el diseño del molde. La materia prima tiene un comportamiento reológico y al calor diferente, a diferencia de un polímero convencional, por lo que se consideran durante el proceso otros factores cuando se trata de optimizarlo.
3. **Extracción del aglomerante:** El conjunto de ligantes es eliminado durante la etapa de debinding. El principal objetivo de este paso es eliminar el ligante sin deformar la pieza. El desligado térmico es la técnica más común donde las piezas se calientan en un horno en atmósfera controlada. Existen diferentes técnicas; se puede hacer gradualmente, o usar una única forma de eliminación, siempre depende del ligante del sistema. Al final de la extracción se obtiene una pieza llamada "marrón", que se compone de polvo metálico y un mínimo de componente polimérico, sin perder la geometría formada en la inyección.
4. **Sinterización:** El paso de sinterización final es densificar la pieza eliminando los vacíos dejados por la extracción del ligante. La sinterización se produce a una temperatura más baja pero cerca de la temperatura de fusión de los polvos metálicos, cerámicos o carburos. De esta forma la pieza es endurecida y consolidada, logrando las características y dimensiones finales. Por lo tanto, el objetivo de la sinterización es darle a la pieza la densidad y las propiedades mecánicas finales. La densidad final es normalmente superior al 97% y puede alcanzar hasta un 99,5%. Las propiedades mecánicas, físicas y químicas son comparables al material forjado.

La tecnología MIM se aplica a la fabricación de componentes metálicos de tamaño pequeño, geometría compleja y fabricados en series de producción elevadas. Es un proceso multisectorial que puede dar servicio a sectores industriales tan variados como el automotor, electrónico, médico-quirúrgico, bienes de equipo, cerrajería y seguridad, entre otros.

3. MATERIALES Y PROCESO EXPERIMENTAL

3.1. *Materiales*

El objetivo del presente proyecto es estudiar las propiedades y el comportamiento del acero 42CrMo4 a partir de diversas composiciones químicas.

Durante esta fase experimental, se han empleado las técnicas metalográficas necesarias para, posteriormente, realizar un estudio microestructural de los diversos materiales y la caracterización mecánica de éstos tras el proceso de sinterización, realizando para ello ensayos de dureza y ensayos de tracción.

Los efectos de los mecanismos de difusión de los elementos en las propiedades mecánicas dadas por la homogeneidad-heterogeneidad de la microestructura de la aleación han sido destacados durante este estudio.

Por este motivo fueron usados tres tipos de polvos (Master alloy, Blended Elemental y Prealloyed) del mismo acero 42CrMo4 (AISI 4140), que es un acero hipoeutectoide de baja aleación (% C < 0,85) con cromo y molibdeno como principales elementos de aleación. La siguiente tabla muestra su composición química:

Table 1
Chemical composition of 42CrMo4 steel (values in %)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	Sn
42 CrMo4	0.43	0.26	0.65	0.015	0.021	1.07	0.19	0.16	0.16	0.021	0.006

A continuación se realiza una breve descripción con el fin de entender mejor las diferencias en las tipologías de los polvos utilizados, así como los distintos procesos experimentales que se han seguido durante el desarrollo de este trabajo.

3.1.1. *Master Alloy*

Master alloy es un polvo prealeado con una alta concentración de elementos aleantes, diseñado para ser diluido cuando se mezcla con un polvo base para lograr la composición química microestructura y propiedades deseadas. Los polvos Master alloy mezclados con polvo de hierro están formulados especialmente para aumentar la dureza del compacto final. Debe haber una optimización de la composición, forma, tamaño y cantidad de la aleación principal, para mejorar la cinética del proceso de sinterización.

Una ventaja de estas aleaciones es que la concentración de los elementos de aleación en estas, es menor que la de los polvos elementales. Por esta razón, el número de partículas requeridas para obtener un contenido específico del agente aleante es mayor logrando una aleación más uniforme.

Este polvo se utiliza principalmente en aleación con elementos con alta afinidad por el oxígeno (Cr, Mn, Si, Ni, Mo).

3.1.2. Blended Elemental

En los polvos Blended elemental, los elementos (Ni, Mo, Cu, CR...) se mezclan con el polvo de hierro en diferentes combinaciones. En la mayoría de los casos se utilizan elementos con una baja afinidad por el oxígeno. Este polvo garantiza una excelente distribución de los elementos de aleación sin posibilidad de segregación. Debido a la menor segregación de los elementos de aleación durante la manipulación de la mezcla, las dimensiones de los productos varían ligeramente y su homogeneidad estructural es mayor que el de los elementos producidos a partir de los polvos mixtos. Como resultado de esta uniformidad estos polvos aleados también tienen una mayor resistencia, dependiendo de la concentración de carbono.

3.1.3. Prealloyed

En los polvos Prealloyed, los elementos de aleación se distribuyen uniformemente en la solución sólida o están presentes como fases especiales. La principal ventaja de estos polvos es que durante la sinterización ya no es necesario asegurar la homogeneización estructural. Estos polvos son preferidos, a pesar de su alto costo y la necesidad de producir en grandes cantidades, en los casos en que la elevada homogeneidad estructural del material es necesaria para obtener altas propiedades funcionales de la pieza.

Estos polvos aleados tienen la misma composición química que el componente final. Además producen marginalmente mejores propiedades mecánicas. Logran las propiedades del material deseadas con menor contenido de aleación y mejor control dimensional.

3.2. Proceso para la obtención de las muestras

Todos los pasos para obtener la probeta final fueron realizados por MIMest. El proyecto se centra en el estudio de la sinterización, pero se da una breve explicación de los pasos previos. La máquina de moldeo por inyección fue alimentada con las tres materias primas diferentes para llenar una cavidad en el molde de las dimensiones dadas por MPIF Standard 35.

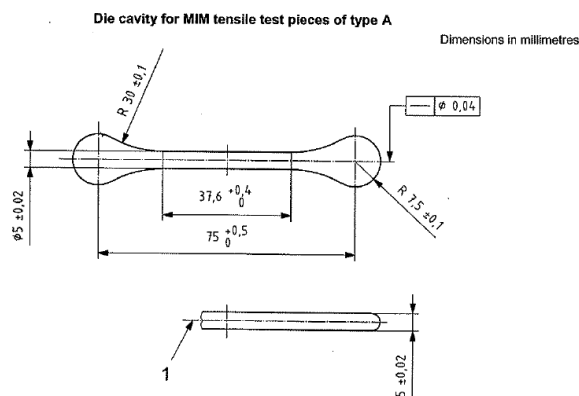


Figura 2: Dimensiones de la probeta

Después del moldeo a presión el desligado se divide en dos pasos. El primero es el desligado en agua estabilizada a 50° C. La tasa de eliminación del ligante es 14mm / 10h. Posteriormente se realiza un proceso de desligado térmico. Las muestras se calientan en horno a 600° C durante 1 hora bajo nitrógeno fundente. Una vez sacado del horno de desligado viene la etapa de sinterización para obtener la densificación final y a las propiedades mecánicas deseadas.

3.2.1. Sinterización

Lograr una sinterización exitosa depende de muchos factores y aunque existen algunas pautas generales a tener en cuenta, depende mucho del diseño del horno. Si es abierto o cerrado, la entrada y salida de la atmósfera, el flujo del gas, la distribución de las resistencias, la velocidad de enfriamiento y calefacción, etc.. En el caso estudiado la sinterización tiene lugar en un horno común para las piezas mim en nitrógeno a 1260° C durante 2 horas seguido de un enfriamiento.

Debido a esto antes de la sinterizar piezas usando la tecnología MIM, es necesario optimizar el proceso en pequeñas muestras como las analizadas en este proyecto. Es necesario verificar que no se produce oxidación y controlar la microestructura de las muestras según la temperatura y el contenido en carbono. Para evaluar la oxidación y la descarburación de las muestra es necesario medir el contenido de carbono y oxígeno, lo cual se realiza en este trabajo.

La temperatura de sinterización influye en la microestructura del material y la morfología de los poros. A mayor temperatura mejoran las propiedades mecánicas de aceros pulvimetalúrgicos, debido a una mayor difusión de los elementos de aleación y una mejor densificación, con la consecuente reducción del tamaño de los poros y una forma más esférica.

3.3. Estudio de las propiedades

Con el fin de estudiar las propiedades de las muestras, se han hecho una serie de análisis: mecánicos, químicos, térmicos, microestructurales y fractográficos.

Gracias al análisis químico y térmico, es posible estudiar la evolución de la contracción del acero con la temperatura. La densificación del polvo compactado y los cambios de fase que se producen en el material durante el calentamiento están directamente relacionados con la atmósfera y la composición empleadas. Por esta razón el análisis térmico es un instrumento poderoso para entender diversos mecanismos que suceden durante la sinterización.

3.3.1. Análisis químico

Para el estudio de las propiedades del material, en primer lugar, es necesario conocer exactamente la composición química del mismo, en particular, los niveles de carbono y de oxígeno.

La determinación del porcentaje de carbono se logra con un analizador (Leco CS 200) que permite la cuantificación del carbono, a través de la medición de la absorción de luz infrarroja de los gases de combustión de las muestras.

La finalidad del análisis de carbono es oxidar la muestra mediante calentamiento en una atmósfera de oxígeno, para formar CO₂ que será medido con un detector infrarrojo. Un mecanismo similar se utiliza para determinar el porcentaje de oxígeno (Leco TC 400).

3.3.2. Análisis térmico

El análisis térmico se llevó a cabo por dilatometría en las muestras de diferente composición. La velocidad de calentamiento impuesta fue más rápida que la utilizada en el horno industrial. El objetivo a alcanzar con la realización de la dilatometría es detectar la temperatura de cambio de fase en el proceso de sinterización y la contracción total de los diferentes polvos utilizados.

3.3.3. Propiedades físicas

Esta sección pretende explicar cómo han sido determinadas las propiedades físicas de los aceros sinterizados.

3.3.3.1. Densidad

La densidad es una de las propiedades más importantes de un material y, en particular, cuando nos referimos a materiales hechos mediante pulvimetalurgia, esta propiedad es la principal diferencia entre estos materiales y otros, con la misma composición, fabricados por métodos convencionales. Además, se debe tener en cuenta que la densidad tiene una gran influencia sobre el resto de propiedades.

Los valores de densidad de diferentes materiales se han identificado siguiendo el principio de Arquímedes, basado en la siguiente expresión:

$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_w}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{oil}}\right)}$$

donde:

m_1 = peso del material en el aire (a)

m_2 = sellado y peso en seco del material en el aire

m_3 = peso del material de sellado sumergido en el agua (b)

ρ_w = densidad del agua

ρ_{oil} = densidad del aceite

(a)



(b)



Figura 3: Báscula para evaluar la densidad de las muestras

Dado que los materiales estudiados son porosos, antes de pesarlos en agua la posible porosidad presente en las muestras debe ser sellada, para ello se han sumergido en aceite y posteriormente secado.



Figura 4: Muestra sumergida en aceite

3.3.4. Aspectos microestructurales

Más abajo se muestran los aspectos microestructurales que se han analizado, para ser capaces de comprender su influencia en las propiedades finales del material.

3.3.4.1. Porosidad

Todas las propiedades de los materiales pulvimetalurgicos están afectadas en mayor o menor medida por la porosidad en su estructura.

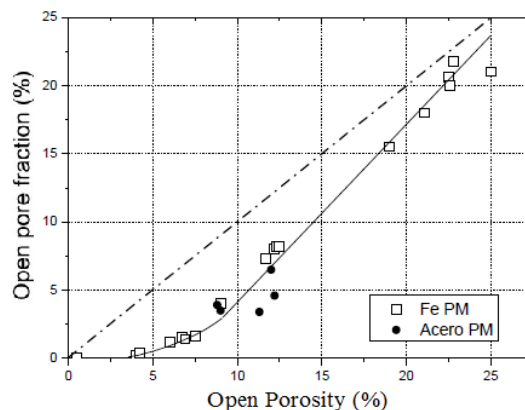


Figura 5: Porosidad abierta en función de la porosidad total en materiales PM

La presencia de poros tiene un papel determinante en el comportamiento mecánico de un acero sinterizado, puesto que producen la reducción del área que soporta la carga, así como una mayor concentración de tensiones. Esto provoca la degradación de las propiedades mecánicas.

Cuando los poros están interconectados en el interior, la porosidad se define como abierta, mientras que si los poros están aislados se define como cerrado.

En el caso de aleaciones ferrosas producidas por el proceso de sinterización y prensa clásico, si la porosidad se reduce por debajo del 5% los poros son aislados. Para valores superiores al 10%, prácticamente todos los poros están conectados, lo que tiene un impacto negativo en la dureza del material, especialmente cuando la pieza está sometida a cargas de tracción.

La determinación de la porosidad puede hacerse utilizando un programa informático de análisis de imagen de micrografías. Para ello, después de la sinterización las piezas obtenidas se pulen para obtener una superficie especular.

3.3.4.2. Microestructura

La microestructura también ejerce una influencia importante en la respuesta mecánica de estos materiales. Esto depende principalmente de la composición química local y el tratamiento térmico al que ha sido sometido el material. Una amplia variedad de fases microestructurales como perlita, cementita, martensita, bainita, ferrita y austenita pueden encontrarse en las aleaciones ferrosas sinterizadas. Los materiales aleados homogéneos, exhiben cualquier tipo de martensita o bainita, cuando se enfrían rápidamente después de la sinterización. Por otro lado, materiales heterogéneos, presentan una composición muy variable que van desde áreas de compuestos ricos en hierro, níquel, molibdeno y manganeso.

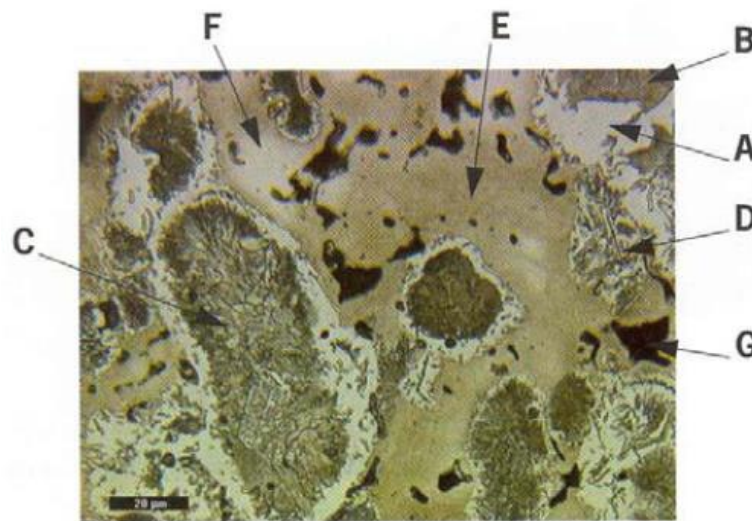


Figura 6: Microfractografía de la típica microestructura en materiales Distaloy (Fe-Ni-Cu-Mo). (A) Ferrita; (B) Perlita gruesa; (C) Perlita fina; (D) Bainita superior; (E) Martensita; (F) Austenita y (G) Poros.

Por supuesto, las propiedades mecánicas difieren entre cada una de estas fases debido a las propiedades intrínsecas de cada una de ellas.

Fase	Dureza Brinell (HB)
Ferrita	90
Perlita	250-300
Bainita	350-650
Austenita	350
Martensita	700

Figura 7: Propiedades mecánicas de cada una de las fases

3.3.5. Propiedades mecánicas

3.3.5.1. Ensayos de dureza

La dureza de un material es la resistencia que se opone a la penetración de un cuerpo duro. La resistencia se determina mediante la introducción de un cuerpo de forma esférica, cónica o piramidal, por el efecto que produce una fuerza determinada por algún tiempo en el cuerpo probado. La deformación permanente (plástica) se utiliza como un indicador de dureza.

La caracterización mecánica de los materiales microconstituyentes se realizó mediante la prueba de dureza Vickers.

La dureza Vickers es calculada a partir de la fuerza de Newton y la diagonal de la huella de la pirámide en mm^2 según la fórmula:

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

P: Fuerza aplicada en N

d: Diagonal de la huella en mm.; $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

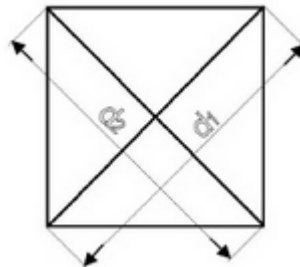


Figura 8: Huella del indentador

3.3.5.2. Ensayos de tracción

Se realizaron ensayos de tracción con el fin de determinar el límite elástico, la resistencia máxima y la elongación. Las pruebas se realizaron con una máquina servo hidráulica INSTRON modelo 8500, que está conectada a un ordenador para el procesamiento de datos que permite el monitoreo y el almacenaje de la información relativa a la prueba, para posteriormente obtener los diagramas de tensión.



Figura 9: Máquina electromecánica INSTRON 8500

A continuación se muestra la geometría de las probetas:



Figura 10: Probetas para los ensayos de tracción

Las mediciones de elongación se realizaron usando un extensómetro como el de la imagen:

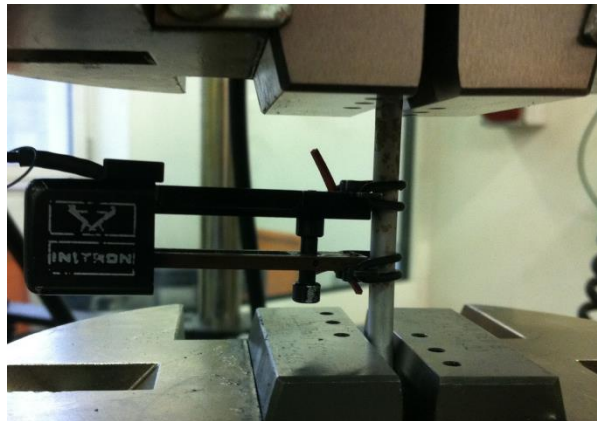


Figura 11: Extensómetro

3.3.6. Caracterización fractográfica

Con el fin de identificar el tipo de fractura (dúctil o frágil) así como para determinar las condiciones de deformación presentes en el material, fue realizada una caracterización fractográfica por microscopía electrónica de barrido. Para este propósito fueron utilizadas las muestras fracturadas después de las pruebas de resistencia a la tracción.



Figura 12: Instrumentación microscopía electronica de barrido

4. RESULTADOS Y ARGUMENTACIONES

4.1. Densidad y Morfología de la porosidad

El procedimiento de la prueba es como se describe en el apartado 3.3.3.1. correspondiente al apartado 3.

Aunque la densidad de un material PM está íntimamente relacionada con su porosidad, la primera medida del parámetro no es suficiente para caracterizar a la segunda, ya que no proporciona información sobre el tamaño, la distribución y la geometría de los poros, los aspectos clave en el estudio del comportamiento mecánico.

La siguiente tabla muestra los resultados de sinterizado densidad y porosidad de las muestras obtenidas en las pruebas realizadas en cada muestra estudiada:

	Densidad [g/cm ³]	Densidad teórica [g/cm ³]	Porosidad total [%]	Porosidad abierta [%]
Blended Elemental	7,42 ± 0,06	7,85	5,43 ± 0,82	0
Master Alloy	7,41 ± 0	7,85	5,62 ± 0,02	0
Prealloy	7,13 ± 0,07	7,85	9,11 ± 0,91	0

Figura 13: Densidad y porosidad de las muestras

Según los resultados representados en la figura, podemos observar que los valores de densidad van desde 7.13 a 7,42 g/cm³.

Generalmente para las piezas MIM es típica una densidad superior al 95%. Observando los datos se puede ver que existe un problema. La muestra prealloy tiene la densidad más baja (< 91%) relacionada con un muy elevado contenido de poros lo cual no es aceptable para una pieza MIM. Esto podría ser un problema para las propiedades mecánicas y la ductilidad de la aleación. Una solución para mejorar este resultado debería ser realizar la etapa de sinterización a una temperatura superior.

Blended Elemental

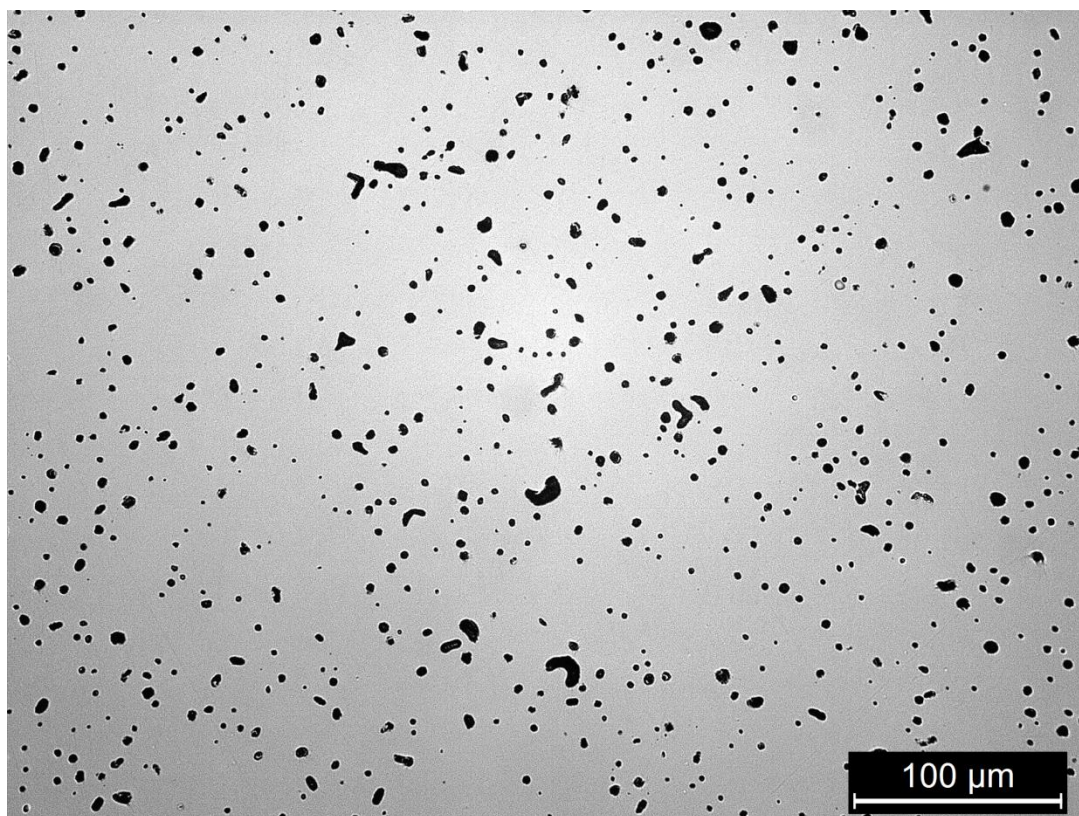


Figura 14: 42CrMO4 blended elemental sinterizado, magnificación 200X

Master alloy

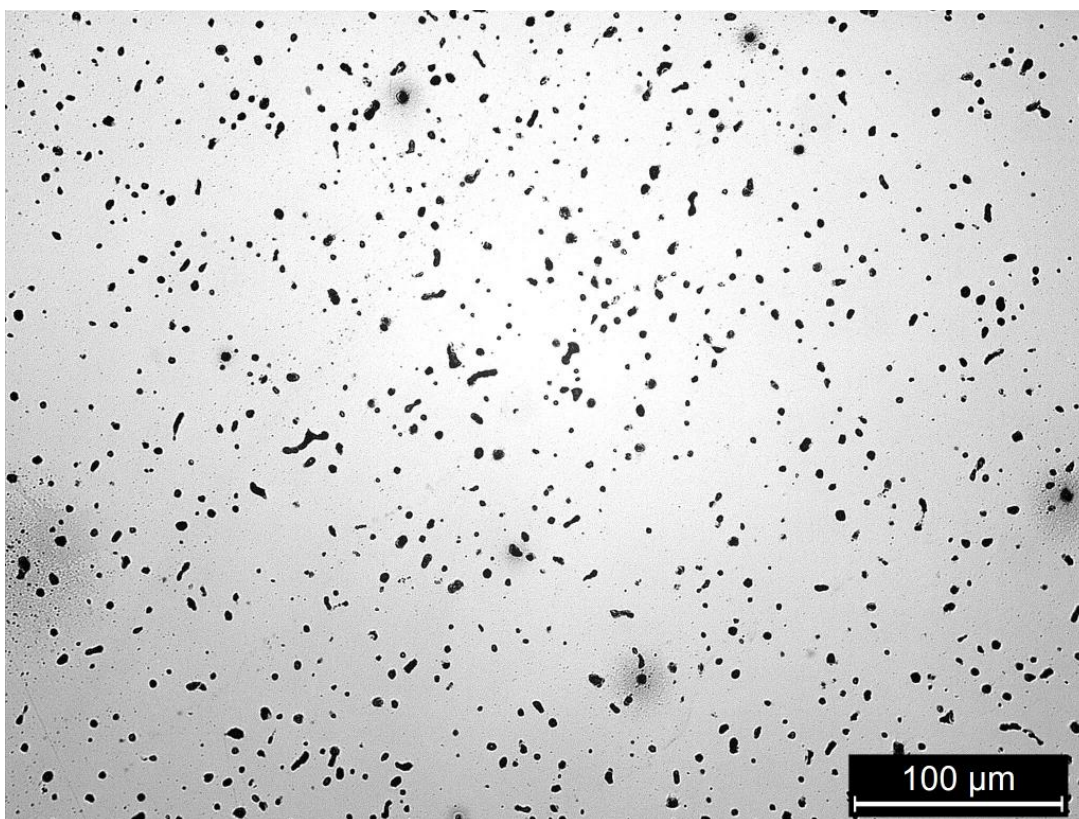


Figura 15: 42CrMO4 master alloy sinterizado, magnificación 200X

Prealloy

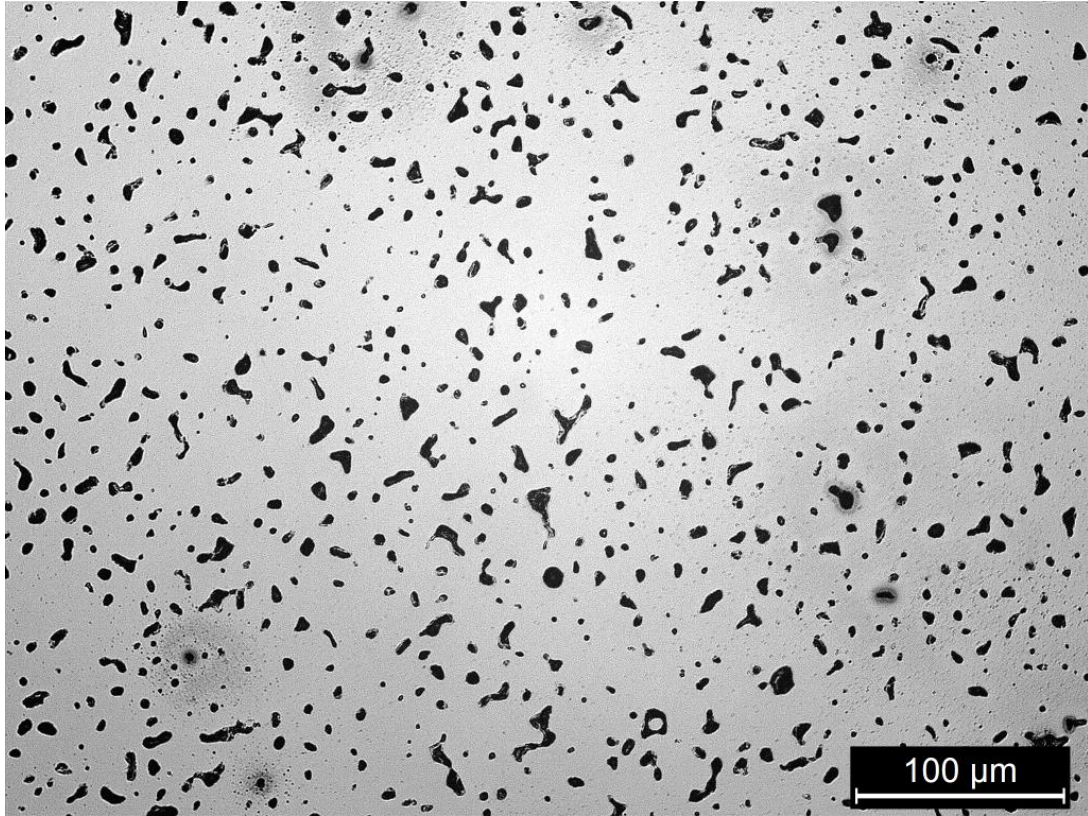


Figura 16: 42CrMO4 prealloy sinterizado, magnificación 200X

Las figuras anteriores demuestran la porosidad de las muestras sinterizadas. Una amplia gama de tamaños y geometrías de poros pueden observarse en cada una de las muestras. Para estos aceros MIM sinterizados hay una tendencia en la morfología de los poros a ser redondeada (círculo $F = 1$). Además, se sabe que los poros más grandes tienen una geometría más irregular que los poros pequeños y son sobre todo los que causan la pérdida de propiedades mecánicas.

Se puede observar que en los tres casos que la porosidad abierta es nula, por lo que la porosidad total es debida a la porosidad cerrada. A pesar del alto valor de porosidad total obtenida por el Prealloy, su porosidad es totalmente cerrada. Como se verá más tarde, la microdureza del Prealloy es la más alta, lo cual es una indicación de que las propiedades mecánicas no sólo se ven afectadas por el nivel de porosidad. De hecho, la morfología de los poros también tiene un marcado efecto en la respuesta mecánica de los materiales. Christian y German determinaron que la resistencia a la fatiga disminuye al aumentar el tamaño de los poros.

En términos generales la resistencia a la fatiga está influenciada por tres parámetros: el tamaño de los poros, su curvatura (geometría) y el espaciado entre ellos (distribución).

A continuación se muestran los factores de forma de los poros en la muestra analizada, en la que se ve la tendencia a tener en los tres casos poros redondos pequeños y perfectos. Los poros en la muestra prealloy son generalmente más grandes. El factor de forma fue calculado de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\Phi = [1 - (5.58-5.7 f_{\text{circle}}) \epsilon]^2 \quad (1)$$

$$f_{\text{circle}} = 4 \pi A / P^2 \quad (2)$$

Donde A y P son el área y el perímetro de los poros respectivamente.

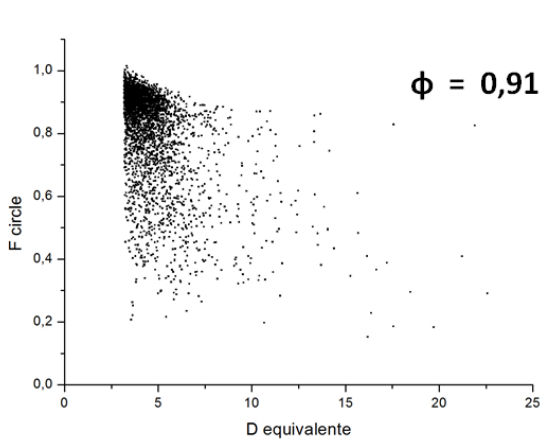


Figura 17: Factor de forma Blended elemental alloy

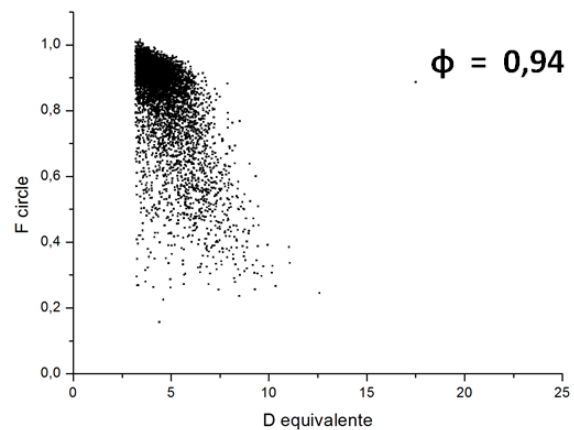


Figura 18: Factor de forma Master alloy

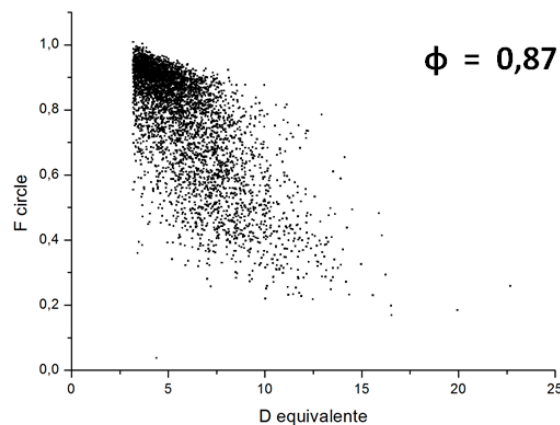


Figura 20: Factor de forma Prealloy

4.2. Propiedades mecánicas

4.2.1. Ensayos de tracción y superficie de fractura

A partir del ensayo de tracción de un material pueden determinarse diversas propiedades mecánicas, por ejemplo, el módulo de elasticidad, la fluencia, resistencia, el alargamiento a rotura, etc. En este proyecto, las pruebas se han centrado en tres de estas propiedades: el límite elástico, resistencia máxima a tracción y alargamiento a rotura.

El procedimiento de prueba es como se describe en el apartado 3.3.5.2. correspondiente al capítulo 3 de este proyecto.

En la tabla siguiente se muestran los resultados obtenidos en las pruebas de resistencia de cada uno de los aceros y también la curva del tensión-deformación:

	σ_y [MPa]	UTS [MPa]	ϵ max. [%]
Blended Elemental	$444 \pm 21,9$	$650 \pm 8,8$	$9,40 \pm 0,86$
Master Alloy	$543 \pm 8,8$	$751 \pm 17,9$	$7,57 \pm 2,75$
Prealloy	$631 \pm 74,7$	$926 \pm 89,2$	$4,31 \pm 2,00$

Figura 21: Valores ensayos de tracción

Analizando los resultados, hay un aumento del límite elástico y de la resistencia máxima a tracción desde el Blended elemental al Master alloy y al Prealloy.

A simple vista esto debe estar relacionado con una creciente homogeneidad química del polvo prealloy respecto al Master alloy y Master alloy respecto al Blended elemental. Todas las muestras han sido sinterizadas en el mismo horno con el mismo ciclo en el mismo lote. Esto significa que el enfriamiento de todas las muestras fue el mismo. Una segregación de los elementos de aleación en el Blended elemental y, en parte, también en el Master alloy debe ser la responsable de la presencia de diferentes fases a temperatura ambiente. Una diferencia tan grande en los resultados del límite elástico debe explicarse por esta causa, el análisis microestructural confirmará o no esta posibilidad.

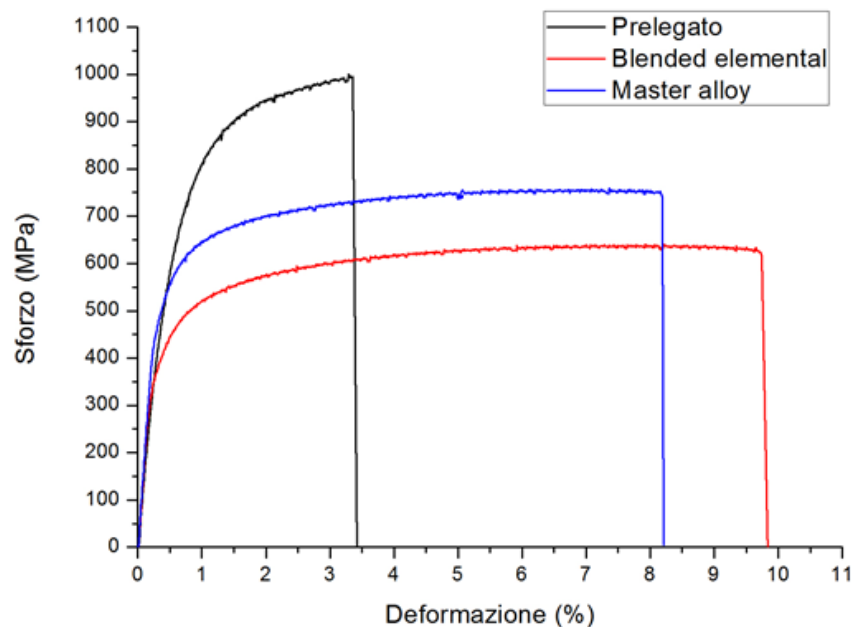


Figura 22: Curva tensión-deformación

En la figura 22 se observa la comparación entre las curvas tensión-deformación de cada una de las muestras analizadas. Se puede observar a primera vista la diferencia de los valores del límite elástico y UTS para los tres tipos de polvos. Pero una cosa muy importante es la muy baja elongación de las muestras prealloy. A partir de la medición de la densidad y el análisis de la morfología de los poros es razonable pensar que los poros grandes y no redondeados, debido a la baja densidad de esta muestra, actúan como defectos que causan el fallo de las muestras con valores de alargamiento muy bajo. Para mejorar la elongación de las muestras prealloy será necesario primero mejorar la densidad de la muestra.

Utilizando microscopía electrónica, es posible obtener información sobre la morfología superficial de fractura, y también para encontrar el modo de fractura, para localizar el origen de nucleación de la grieta, determinar la dirección de propagación de las fisuras, así como los mecanismos de fractura.

Es ampliamente conocido que los micromecanismos de fractura que ocurren no son necesariamente equivalentes a los macromecanismos. La fractura frágil ocurre cuando la tensión alcanza un valor crítico σ_0 , antes de la deformación plástica. En fracturas frágiles es posible encontrar zonas de clivaje en la superficie de fractura, si el fallo es dúctil la superficie de fractura tiene una morfología con hoyuelos.

Abajo se muestran imágenes de la fractografía de los especímenes probados:

Blended Elemental

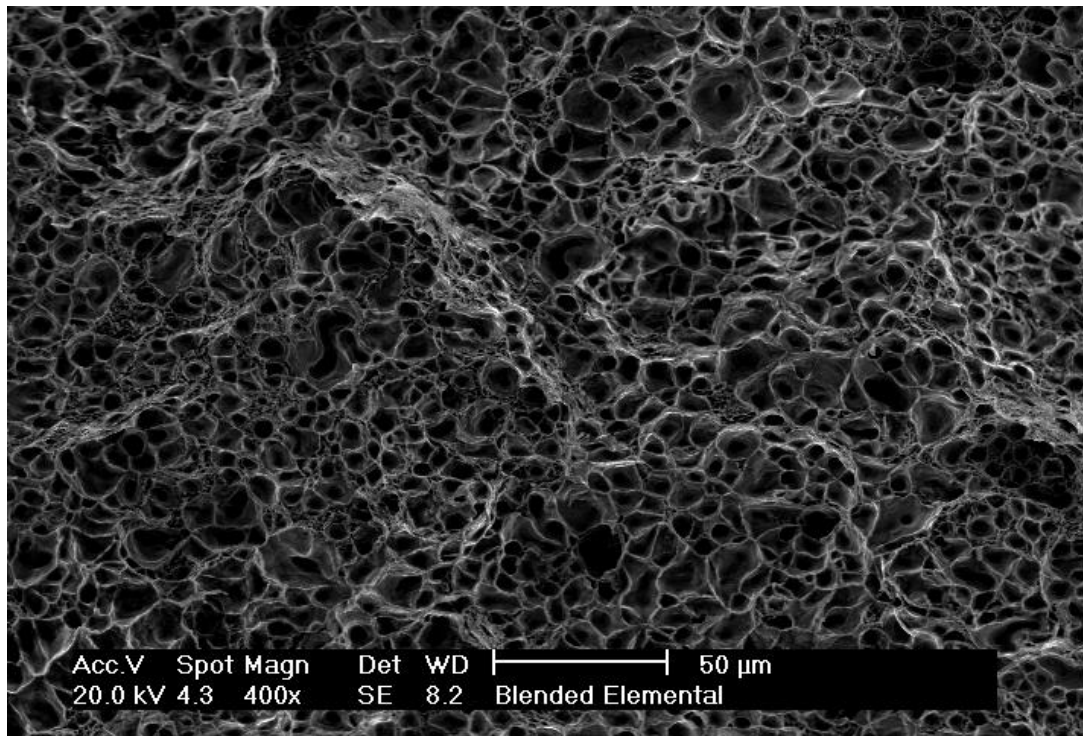


Figura 23: Superficie de fractura blended elemental , magnificación 400X

Master alloy

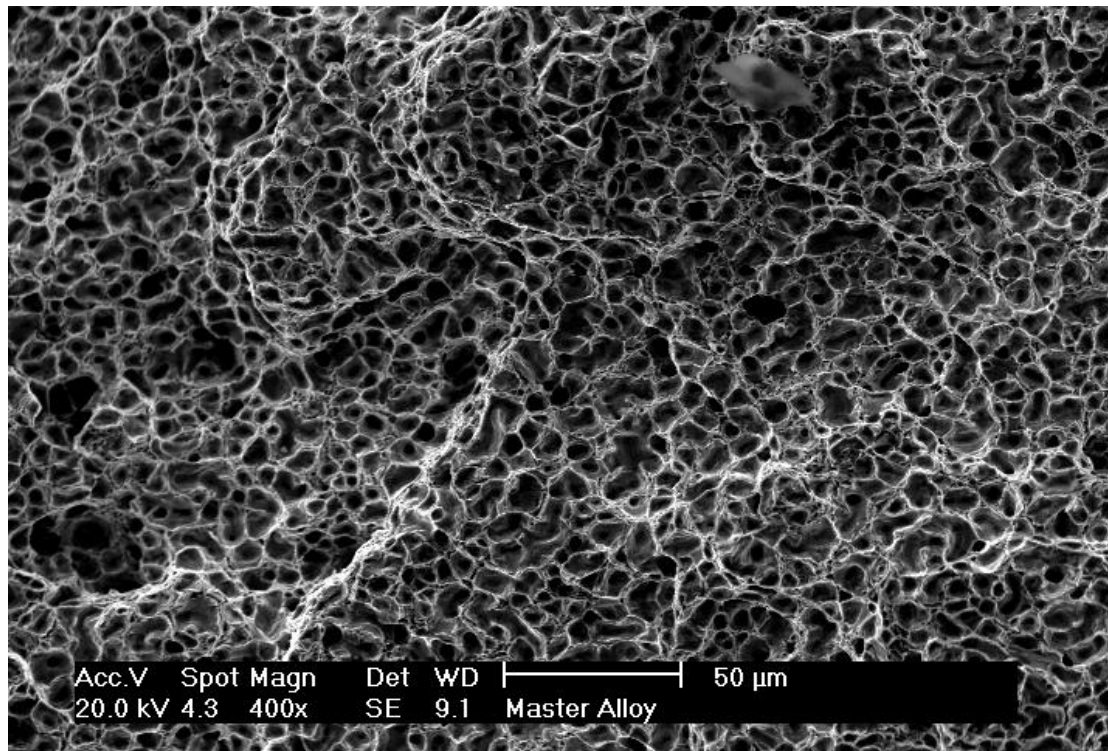


Figura 24: Superficie de fractura master alloy , magnificación 400X

Prealloy

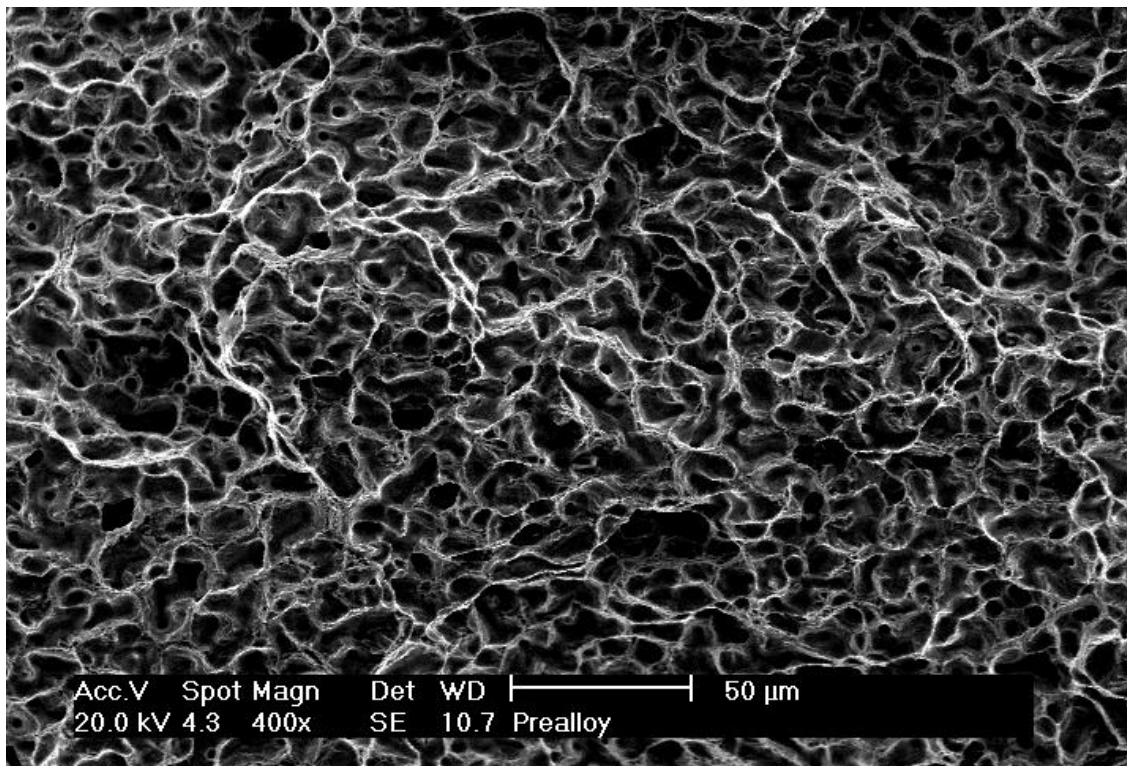


Figura 25: Superficie de fractura Prealloy , magnificación 400X

Revisando las imágenes de la superficie de fractura es posible decir que las muestras producidas con los tres polvos metálicos tienen una fractura dúctil, puesto que pueden verse muchos hoyuelos en ellas.

A pesar de la baja ductilidad macroscópica exhibida por el Prealloy en las pruebas de resistencia a la tracción, con valores en el rango 3-4%, puede verse la superficie de fractura caracterizada por la presencia de hoyuelos. Este comportamiento es típico en las piezas MIM.

En resumen, cuando un material sinterizado se prueba a tracción, el fallo comienza con la nucleación de una grieta de los poros más grandes e irregulares donde el efecto de concentración de tensiones es más pronunciado. Entonces, la deformación plástica localizada (microcavidades) permite que la grieta se difunda por los ligamentos (cuellos). Dependiendo del tamaño de los cuellos de botella y los poros circundantes, la grieta puede seguir creciendo a través de los cuellos. En general, la grieta va uniendo poros hasta llegar a uno lo suficientemente grande como para producir la rotura de la pieza.

4.3. Microestructura

4.3.1. Microestructura y análisis de fases

La microestructura, así como la porosidad, también ejerce una influencia importante en el comportamiento mecánico de los materiales PM.

Como se mencionó anteriormente, los poros de materiales PM actúan como precursores de grietas y por lo tanto su presencia reduce la resistencia mecánica del material. Sin embargo, añadiendo pequeñas cantidades de algunos elementos es posible diseñar microestructuras lo suficientemente fuertes como para compensar, o al menos atenuar, el efecto de las micro fisuras causadas por los poros.

La microestructura de las muestras ensayadas en el laboratorio es la siguiente:

Blended elemental

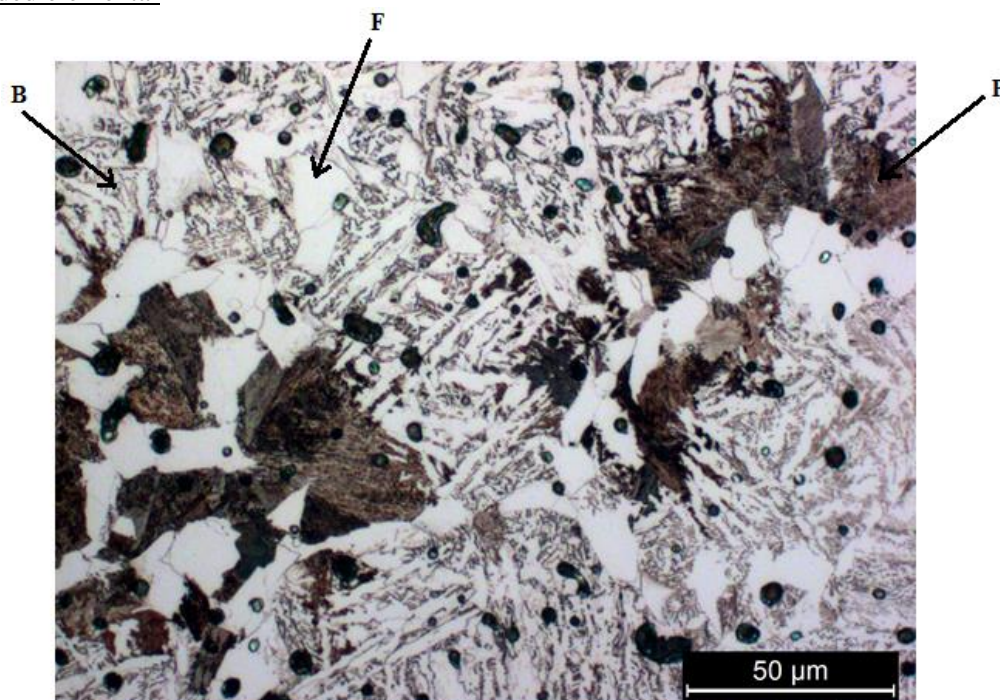


Figura 26: Microestructura de la muestra Blended elemental, magnificación 500X
Fases presentes: [F] Ferrita; [P] Perlita y [B] Bainita inferior.

Los polvos Blended elemental se caracterizan por una microestructura heterogénea. La microestructura está formada principalmente por colonias de B = bainita inferior, F = ferrita y P = perlita.

Master alloy

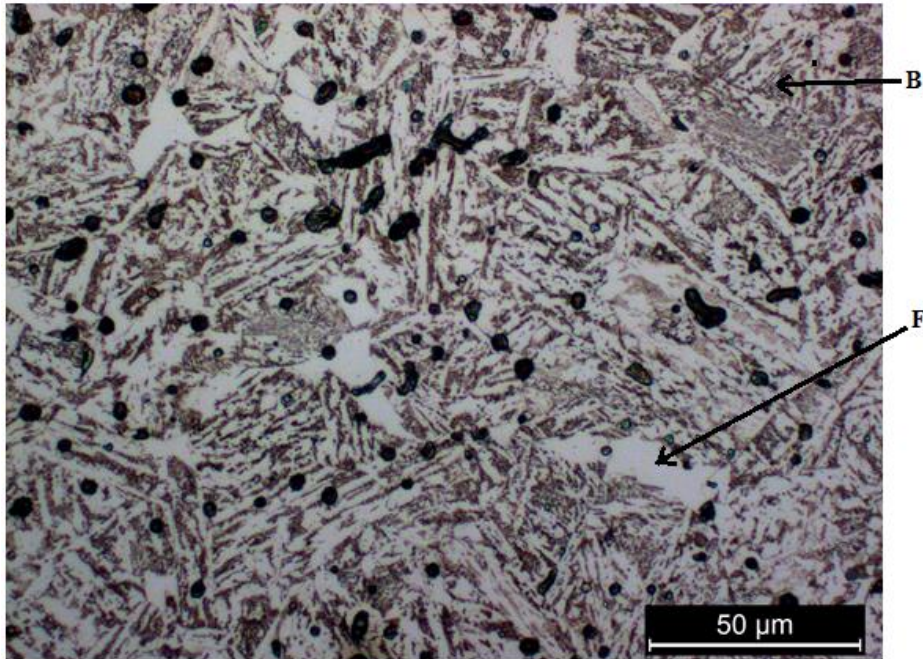


Figura 27: Microestructura de la muestra Master alloy, magnificación 500X
Fases presentes: [F]Ferrita y [B]Bainita inferior.

Las micrografías en el Master alloy muestran estructuras ferríticas en una matriz de bainita inferior, sin la presencia de perlita.

También puede observarse que en relación al blended elemental, ha habido un aumento de la fase de bainita inferior, lo que explica las sus mejores propiedades mecánicas.

Prealloy

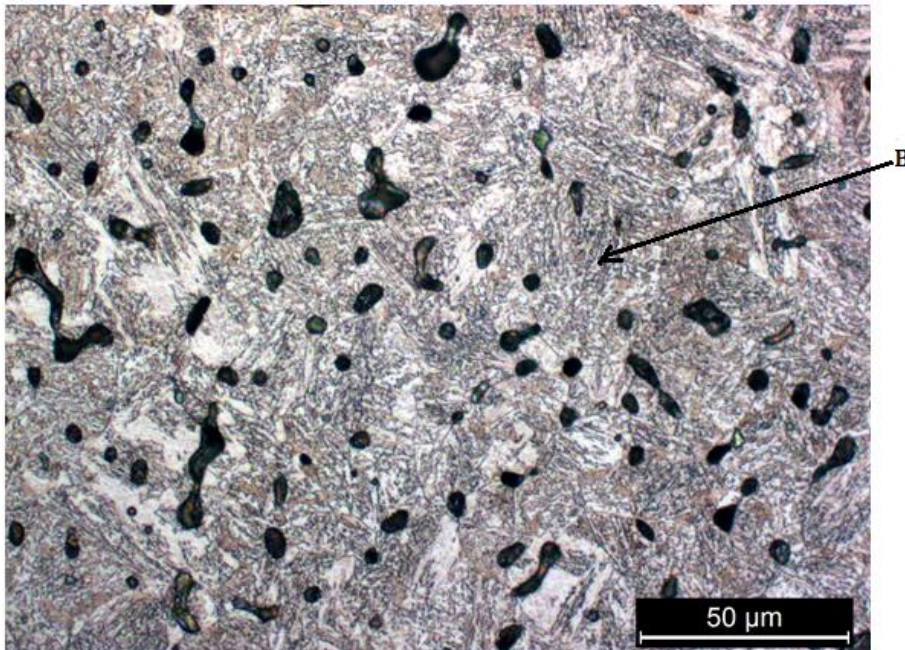


Figura 28: Microestructura de la muestra Prealloy, magnificación 500X
Fases presentes: [B]Bainita inferior.

Se puede observar como en el caso del Prealloy sólo hay estructuras bainíticas inferiores. El hecho de que la microestructura del Prealloy se componga de bainita inferior, explica en gran medida su mayor fluencia y UTS en relación a los otros polvos metálicos.

4.3.2. Microdureza

El procedimiento del ensayo es como el descrito en el párrafo 3.3.5.1. correspondiente al capítulo 3 de este proyecto.

En nuestro caso, se utilizó una pirámide cuadrangular como cuerpo de penetración.



Figura 29: Instrumentación utilizada

Todos los ensayos se llevaron a cabo utilizando una carga de 1N.

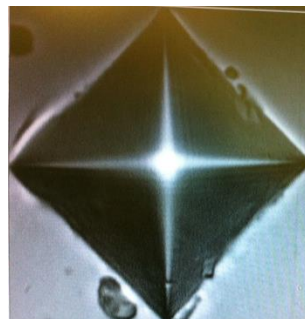


Figura 30: Identación en una de las muestras

A continuación, se muestran los resultados de la dureza obtenida en las pruebas realizadas en cada uno de los aceros, cabe destacar que las mediciones se realizaron en la zona pulida y no marcada de la superficie. Esto se ha hecho para evitar la medición en fases específicas.

	Microdureza[HV01]
Blended Elemental (Perina)	220,8 ± 36,3
Master Alloy (Perina)	238,4 ± 13,0
Prealloy (Perina)	279,9 ± 22,6

Figura 31: Microdureza de las muestras ensayadas

De los resultados obtenidos después de la medición de la microdureza, se observa que los valores aumentan desde el Blended elemental hasta el prealloy. La dispersión tan elevada en el caso del Blended elemental se debe a la heterogeneidad de su microestructura como ya se pudo observar en el ensayo metalográfico.

4.4. *Análisis dimensional*

La sinterización a menudo provoca una disminución en el volumen (contracción), que puede afectar a la precisión dimensional y geométrica, afectando por tanto a la calidad del producto, costo y eficiencia del proceso. Las piezas MIM pueden alcanzar una contracción de hasta un 20% pasando desde el estado verde al estado sinterizado. De esta forma resulta difícil obtener tolerancias estrictas en las piezas mim. Una posibilidad para lograr un mejor control dimensional de las piezas mim, es elegir entre diferentes polvos como los estudiados en este trabajo para producir la misma aleación. Para entender este comportamiento para las tres muestras utilizadas, todas han sido medidas después del desligado (debinding) y después de la sinterización en el horno industrial. Las dimensiones en verde no son relevantes ya que la diferencia entre el verde y las piezas desligadas está dada por la pérdida del ligante. En la tabla nº 32 se muestran las dimensiones de las piezas desligadas y después de la sinterización:

		Longitud [mm]	Diámetro [mm]
Prealloy desligado	Media	89,64	4,98
	des.est	0,03	0,02
blended elemental desligado		Longitud [mm]	Diámetro [mm]
	Media	88,87	4,94
	des.est	0,02	0,03
master alloy desligado		Longitud [mm]	Diámetro [mm]
	Media	89,47	5,02
	des.est	0,02	0,04

		Longitud [mm]	Diámetro [mm]
Prealloy sinterizado	Media	4,40	79,13
	des.est	0,02	0,08
blended elemental sinterizado		Longitud [mm]	Diámetro [mm]
	Media	4,19	75,97
	des.est	0,04	0,03
master alloy sinterizado		Longitud [mm]	Diámetro [mm]
	Media	4,37	78,28
	des.est	0,01	0,01

Contracción sinterizado Blended elemental Δ Longitud = -14,52 %
Contracción sinterizado Master Alloy Δ Longitud = -12,51 %

Contracción sinterizado Prealloy

$$\Delta \text{Longitud} = -11,72 \%$$

Figura 32: Dimensiones después del debinding y del sinterizado

Para entender mejor la evolución de la contracción durante la sinterización se llevaron a cabo una serie de experimentos dilatométricos en muestras desligadas usando un dilatómetro Baehr DIL 805.

El objetivo a alcanzar con la realización de los ensayos dilatométricos es evaluar la contracción total de los tres polvos diferentes y comprobar el posible cambio de fase durante el calentamiento.

El ciclo es similar al utilizado en el horno industrial. La velocidad de calentamiento es de 20° C/min hasta 1260° C. Luego la muestra permanece durante 2 horas a 1260° C y la velocidad de enfriamiento se limita a 15° C/min para evitar la transformación martensítica. A continuación se muestra la gráfica resultante de la prueba:

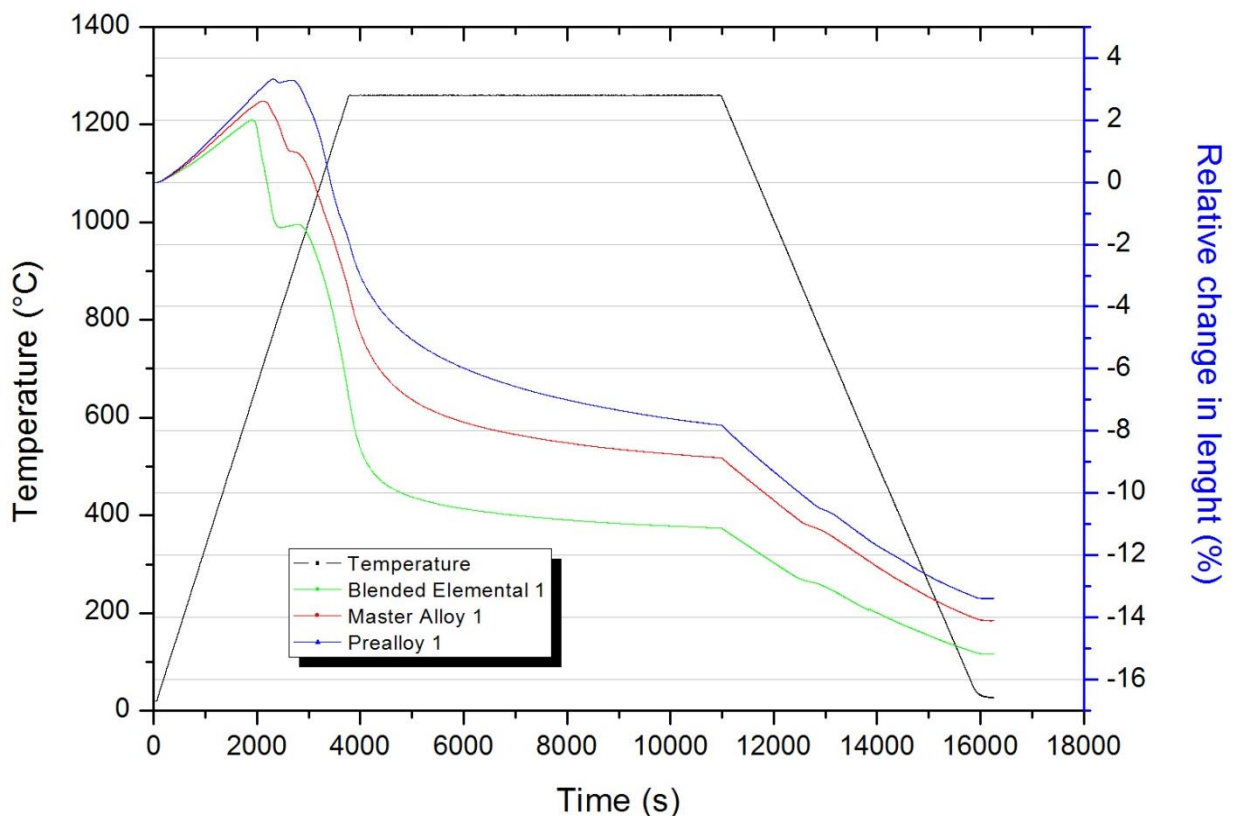


Figura 33: Gráfica ensayos dilatométricos

Las curvas dilatométricas pueden dividirse en diferentes zonas relacionados con diferentes comportamientos físicos. Al principio de la prueba hay una expansión lineal hasta el punto de inicio de la contracción que tiene lugar durante la fase de calentamiento. La temperatura de este punto es diferente para los tres polvos. El Blended elemental muestra la temperatura más baja para el comienzo de la contracción y el prealloy la mayor. Esto está relacionado con los mecanismos de difusión de los elementos de aleación activados, a temperatura suficientemente alta debido a la heterogeneidad química, en la muestra Master alloy y sobre todo en la muestra Blended elemental. Estos mecanismos no están presentes en la muestra Prealloy ya que estos polvos son perfectamente homogéneos químicamente.

Durante la contracción es visible una expansión. Una hipótesis para explicar esta expansión es que durante la contracción, cuando la temperatura está en el intervalo de la transformación de ferrita a austenita, hay un retraso de la tasa de contracción. Después de que comience la densificación, el mecanismo de sinterización está principalmente relacionado con el coeficiente de autodifusión del hierro en la fase de ferrita.

Cuando el rango de temperatura se encuentra A1 y A3 hay una transformación de α en γ y el coeficiente de autodifusión del hierro en la fase γ es mucho menor. Este fenómeno limita la densificación de los polvos y esto es visible en la gráfica como una parada en la contracción. Después de la transformación total de la ferrita en austenita a medida que aumenta la temperatura, la contracción comienza otra vez hasta la densificación final que se alcanza después de la rotura isotérmica.

Después de enfriarse es posible medir la contracción total para las muestras de los tres polvos y compararlos con los valores medidos de las muestras sinterizadas en el horno industrial como se muestra a continuación:

Sample	Contracción final dilatométrica	Contracción final sinterización horno industrial
Blended elemental	15,17 %	14,52 %
Master Alloy	14,10 %	12,51 %
Prealloy	13,38 %	11,72 %

Figura 34: Contracción final en los ensayos dilatométricos y en la sinterización en horno industrial de las muestras

Los valores finales no son perfectamente comparables a causa que el ciclo industrial tarda 12 horas para realizarse mientras que la prueba dilatométrica llevó solo 4 horas. En cualquier caso, es visible en ambos casos la misma tendencia para los tres polvos.

4.5. *Análisis químico: Evolución del contenido en carbono*

Para evaluar la oxidación y la descarburación de las muestras es necesario medir el contenido de carbono y oxígeno después de la sinterización. De estos análisis es posible evaluar la pérdida de contenido en carbono de las muestras sinterizadas industrialmente.

La tabla adjunta muestra los valores obtenidos mediante sinterización en el horno industrial:

	%C	% O
Blended Elemental (Perina)	0,381	0,0024
Master Alloy (Perina)	0,333	0,0029
Prealloy (Perina)	0,235	0,002

Figura 35: Porcentajes de carbono y O de las muestras después del sinterizado

En el caso de aceros sinterizados, hay generalmente una pérdida de carbono durante la etapa de sinterización, debido a que esta etapa se realiza bajo atmósferas protectoras (en este caso nitrógeno) que pueden llevar a un agotamiento del carbono.

Como se observa en la tabla anterior, ha habido un fenómeno de descarburación, según el cual el material pierde carbono, especialmente desde la superficie, como resultado del tratamiento de sinterización, o debido al oxígeno que reacciona con el carbono.

Las pruebas efectuadas en el horno industrial de MIMest, muestran que la descarburación es más pronunciada en el caso del Prealloy. Este aspecto debe ser estudiado porque con un 0,26% encarbono, este acero no está en consonancia con el contenido químico de carbono solicitado en un 42CrMo4. Mientras que el contenido en las aleaciones Blended elemental y Master alloy, concuerda perfectamente con el valor necesario. La oxidación de las muestras es en todos los casos muy baja.

5. CONCLUSIONES

Tras haber analizado todos los resultados obtenidos en los ensayos, las conclusiones generales que se extraen son las siguientes:

- El nivel de densidad deseado en una pieza PM puede ser controlado, por ejemplo, a través de un aumento de la temperatura de sinterización, junto con un tiempo de procesamiento, que promueva una mejor difusión de los elementos de aleación.
- Un aumento en la densidad viene acompañado por una reducción de la fracción volumétrica de poros, así como una reducción de su tamaño y un aumento de la separación entre ellos. Estos parámetros tienen una gran influencia en las propiedades mecánicas.
- Al aumentar la temperatura de sinterización, se produce un redondeo de los poros, que se refleja en un mayor factor de forma.
- La microestructura resultante varía dependiendo del tipo de polvo metálico utilizado.
- La caracterización mecánica ha permitido confirmar la influencia de la densidad en las propiedades mecánicas, mejorando las mismas mediante el aumento de la densidad.
- La presencia de poros afecta a la resistencia mecánica, puesto que al aumentar la fracción volumétrica de éstos, la sección eficaz del material que soporta la carga disminuye, además actúan como concentradores de tensiones. Por lo tanto, para mejorar la resistencia mecánica del material, es conveniente tener poros más pequeños, mayor espacio entre ellos y con una geometría esférica.
- A pesar de la baja ductilidad del Prealloy obtenida en el ensayo de tracción con valores inferiores al 4%, la fractografía ha permitido observar la gran cantidad de deformación plástica existente, evidenciada por el gran número de microcavidades.

Como conclusión de este trabajo, se puede decir que se ha obtenido un mayor conocimiento de los polvos metálicos analizados. Durante el mismo fueron analizados varios parámetros tales como densidad, porosidad, microestructura, así como el efecto de la sinterización en estos. De esta manera será posible seleccionar los más adecuados para la producción de piezas a través de la tecnología MIM. Por lo tanto, los polvos metálicos analizados en este proyecto son un fuerte candidato para ser utilizados en la fabricación de piezas mediante esta tecnología.

6. FUTURAS LÍNEAS DE TRABAJO

Con el fin de completar el trabajo y continuar analizando estos polvos metálicos, se proponen una serie de futuras líneas de investigación:

- a) Repetir la sinterización bajo una temperatura de sinterización superior, con el fin de mejorar la densidad de las muestras.
- b) Realizar este mismo estudio con otros aceros, para poder comparar los resultados.
- c) Incluir pruebas de resistencia a la fractura para evaluar las propiedades de impacto de las muestras.
- d) Realizar tratamientos térmicos después de la sinterización, con el fin de optimizar las propiedades mecánicas de las muestras.
- e) Evaluar propiedades tribológicas, para comprobar si las muestras podrían utilizarse en las condiciones de servicio que requieren una resistencia al desgaste adecuada.